

① RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
 INSTITUT NATIONAL  
 DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
 PARIS

⑪ N° de publication : **2 856 056**

(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

⑫ N° d'enregistrement national : **03 50216**

⑮ Int Cl<sup>7</sup> : C 03 C 17/22, C 03 C 17/23, 17/36, G 02 B 1/10, 1/11

⑫

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

⑫ Date de dépôt : 13.06.03.

⑬ Priorité :

⑭ Date de mise à la disposition du public de la  
demande : 17.12.04 Bulletin 04/51.

⑮ Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du  
présent fascicule*

⑯ Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

⑰ Demandeur(s) : *ESSILOR INTERNATIONAL - COM-  
PAGNIE GENERALE D'OPTIQUE Société anonyme —  
FR.*

⑱ Inventeur(s) : LACAN PASCALE et CONTE DOMINI-  
QUE.

⑲ Titulaire(s) :

⑳ Mandataire(s) : CABINET HARLE ET PHELIP.

① Procédé de traitement d'un verre apte au débordage.

② Procédé de traitement d'un verre ophtalmique com-  
portant deux faces principales dont au moins une face com-  
porte une couche extérieure organique ou minérale revêtue  
d'une couche protectrice temporaire de  $MgF_2$ , ledit procédé  
comportant une étape spécifique de traitement choisie par-  
mi les étapes suivantes :

- traitement chimique en voie liquide de la couche pro-  
tectrice temporaire, conduisant à la formation d'une couche  
de  $MgO$  sur la couche protectrice temporaire ;
- dépôt d'au moins un oxyde métallique et/ou d'au moins  
un hydroxyde métallique non fluoré sur la couche protectri-  
ce temporaire par transfert de celui-ci ou de ceux-ci à partir  
d'un film électrostatique ou par évaporation sous vide de ce-  
lui-ci ou de ceux-ci directement sur la couche protectrice  
temporaire ;
- le dépôt de la couche protectrice temporaire de  $MgF_2$   
sur la couche extérieure se fait par évaporation sous vide à  
une vitesse inférieure ou égale à 0,5 nm/s.

FR 2 856 056 - A1



La présente invention se rapporte au domaine du débordage des verres, tout particulièrement des verres ophtalmiques.

Un verre ophtalmique résulte d'une succession d'opérations de moulage et/ou de surfaçage / polissage qui déterminent la géométrie des  
5 deux surfaces optiques convexe et concave dudit verre, puis de traitements de surface appropriés.

La dernière étape de finition d'un verre ophtalmique est l'opération de débordage qui consiste à usiner la tranche ou la périphérie du verre de façon à la conformer aux dimensions requises pour adapter le verre à la monture  
10 de lunette dans laquelle il est destiné à prendre place.

Le débordage est réalisé généralement sur une meuleuse comprenant des meules diamantées qui effectuent l'usinage tel que défini ci-dessus.

Le verre est maintenu, lors de cette opération, par des organes de blocage intervenant axialement.

15 Le mouvement relatif du verre par rapport à la meule est contrôlé, généralement numériquement, afin de réaliser la forme souhaitée.

Comme cela apparaît, il est tout à fait impératif que le verre soit fermement maintenu lors de ce mouvement.

Pour cela, avant l'opération de débordage, on effectue une opération  
20 de glantage du verre, c'est à dire que l'on vient positionner sur la surface convexe du verre un moyen de maintien ou gland.

Un patin de maintien, tel qu'une pastille autocollante, par exemple un adhésif double face, est disposé entre le gland et la surface convexe du verre.

25 Le verre ainsi équipé est positionné sur l'un des organes axiaux de blocage précités, le second organe de blocage axial venant alors serrer le verre sur sa face concave par l'intermédiaire d'une butée, généralement en élastomère.

Lors de l'usinage, un effort de couple tangentiel est généré sur le  
30 verre, ce qui peut engendrer une rotation du verre par rapport au gland si le système de maintien du verre n'est pas assez efficace.

Le bon maintien du verre dépend principalement de la bonne adhérence à l'interface patin de maintien/ surface convexe du verre.

Les verres ophtalmiques de dernière génération comportent le plus  
35 souvent une couche extérieure organique ou minérale qui modifie l'énergie

de surface, par exemple des revêtements hydrophobes et/ou oléophobes antialissures.

Il s'agit le plus souvent de matériaux de type fluorosilane qui diminuent l'énergie de surface afin d'éviter l'adhérence de souillures grasses qu'il est ainsi plus facile d'éliminer.

Ce type de revêtement de surface peut être d'une efficacité telle que l'adhérence à l'interface patin/surface convexe peut s'en trouver altérée, ce qui rend difficile des opérations de débordage satisfaisantes, en particulier pour des verres en polycarbonate dont le débordage génère des efforts beaucoup plus importants que pour les autres matières.

La conséquence d'une opération de débordage mal menée est la perte pure et simple du verre.

C'est pourquoi il est avantageux de déposer sur la couche extérieure une couche protectrice temporaire conférant une énergie de surface au moins égale à  $15 \text{ mJ/m}^2$ , en particulier une couche protectrice de  $\text{MgF}_2$ , tel que cela est décrit dans la demande de brevet français n° 0106534.

Ce procédé donne globalement satisfaction, mais peut encore être amélioré. En effet, le débordage des verres dont la couche extérieure est recouverte d'une couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$  n'est souvent possible avec succès que 48 heures après le traitement du verre, c'est à dire après les dépôt des différentes couches, notamment le dépôt de la couche extérieure et de la couche protectrice. Lorsque ces verres sont débordés dans un délai inférieur à 48 heures, le système gland – patin de maintien a tendance à se décoller du verre spontanément ou sous l'effet d'un effort très faible. C'est le phénomène de « déglantage ». En pratique, il se produit lorsque le verre est retiré de la meuleuse.

L'un des objets de l'invention a donc pour but de fournir un procédé de traitement d'un verre comportant une couche extérieure organique ou minérale, en particulier une couche hydrophobe et/ou oléophobe, recouverte d'une couche protectrice provisoire de  $\text{MgF}_2$ , qui permette d'effectuer le débordage très rapidement après le dépôt des différentes couches sur le verre, par exemple après une heure.

A cet effet, l'invention concerne un procédé de traitement d'un verre ophtalmique comportant deux faces principales dont au moins une face comporte une couche extérieure organique ou minérale revêtue d'une

couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$ , le procédé comprenant une étape spécifique de traitement choisie parmi les étapes suivantes :

- 5 - traitement chimique en voie liquide de la couche protectrice temporaire, conduisant à la formation de  $\text{MgO}$  et/ou  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  dans et/ou sur la couche protectrice temporaire ;
- dépôt d'au moins un oxyde métallique non fluoré et/ou d'au moins un hydroxyde métallique non fluoré sur la couche protectrice temporaire par transfert de celui-ci ou de ceux-ci à partir d'un film électrostatique ou par évaporation sous vide de celui-ci ou de ceux-ci directement sur  
10 la couche protectrice temporaire ;
- le dépôt de la couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$  sur la couche extérieure se fait par évaporation sous vide à une vitesse inférieure à 0,5 nm/s, préférentiellement inférieure ou égale à 0,3 nm/s.

Préférentiellement, l'oxyde métallique est choisi parmi l'oxyde de  
15 calcium ou de magnésium, l'oxyde de praséodyme, l'oxyde de cérium ou un mélange de deux ou plus de ces oxydes.

Préférentiellement, l'hydroxyde métallique est l'hydroxyde de magnésium.

La couche extérieure est de préférence un revêtement de surface  
20 hydrophobe et/ou oléophobe, et en particulier un revêtement de surface hydrophobe et/ou oléophobe déposé sur un revêtement anti-reflets mono ou multicouche.

Comme indiqué précédemment, les revêtements hydrophobes et/ou oléophobes sont obtenus par application, sur la surface du revêtement anti-  
25 reflets, de composés diminuant l'énergie de surface du verre.

De tels composés ont été largement décrits dans l'art antérieur, par exemple dans les brevets US-4410563, EP-0203730, EP-749021, EP-844265, EP-933377.

Des composés à base de silanes porteurs de groupements fluorés, en particulier de groupement(s) perfluorocarbone ou perfluoropolyéther, sont le  
30 plus souvent utilisés.

A titre d'exemples, on peut citer des composés de silazane, de polysilazane ou de silicone comprenant un ou plusieurs groupements fluorés tels que ceux cités précédemment.

Un procédé connu consiste à déposer sur le revêtement anti-reflets des composés porteurs de groupements fluorés et de groupements Si-R, R représentant un groupe —OH ou un précurseur de celui-ci, préférentiellement un groupe alcoxy. De tels composés peuvent effectuer, à la surface du revêtement anti-reflets, directement ou après hydrolyse, des réactions de polymérisation et/ou réticulation.

L'application des composés diminuant l'énergie de surface du verre est classiquement effectué par trempé dans une solution dudit composé, par centrifugation ou par dépôt en phase vapeur, notamment. Généralement, le revêtement hydrophobe et/ou oléophobe a une épaisseur inférieure à 30 nm, de préférence comprise entre 1 et 20 nm, mieux comprise entre 1 et 10 nm.

L'invention est mise en oeuvre préférentiellement sur des verres comportant un revêtement de surface hydrophobe et/ou oléophobe conférant une énergie de surface inférieure à 14 mJoules/m<sup>2</sup> et mieux encore inférieure ou égale à 12 mJ/m<sup>2</sup> (les énergies de surface étant calculées selon la méthode Owens-Wendt décrite dans la référence suivante : " Estimation of the surface force energy of polymers " Owens D.K., Wendt R.G. (1969) J. APPL. POLYM. SCI,13,1741-1747).

La couche protectrice temporaire de MgF<sub>2</sub> est déposée directement sur la couche extérieure.

La couche protectrice peut être déposée par tout procédé classique convenable, en phase vapeur(dépôt sous vide), ou en phase liquide, par exemple par pulvérisation, centrifugation, ou trempé.

Généralement, les revêtements anti-reflets, hydrophobes et/ou oléophobes ont été déposés par évaporation, dans des cloches à vide et il est souhaitable de déposer la couche protectrice temporaire par la même technique, ce qui permet d'effectuer l'ensemble des opérations à la suite, sans manipulation excessive des verres entre les étapes.

Un autre intérêt du dépôt sous vide est d'éviter tout problème de mouillabilité dans le cas où la couche fine sur laquelle on vient déposer la couche protectrice présente des propriétés hydrophobes et/ou oléophobes.

D'une manière générale, la couche protectrice temporaire doit avoir une épaisseur suffisante pour éviter toute altération ultérieure des propriétés de la couche extérieure lors des différentes étapes de traitement du verre.

De préférence, son épaisseur est comprise entre 5 à 50 nm.

La couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$  va élever l'énergie de surface du verre jusqu'à une valeur d'au moins 15 mJoules/m<sup>2</sup>.

Elle peut être appliquée sur une zone couvrant la totalité d'au moins une des deux faces du verre ou uniquement sur la zone destinée à recevoir le contact du patin de maintien dudit verre.

Plus précisément, il est d'usage de déposer le patin de maintien, associé au gland, sur la face convexe du verre. On peut donc couvrir avec la couche protectrice la totalité de la face convexe ou, alternativement, uniquement une zone centrale de la face convexe, en utilisant un masque ou toute autre technique appropriée.

En outre, les verres comportant une couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$  peuvent faire l'objet de marquages au moyen d'encre diverses, communément utilisées par l'homme de l'art, pour les verres progressifs.

Comme décrit précédemment, le procédé selon l'invention comprend une étape spécifique de traitement.

Lorsque l'étape spécifique de traitement selon l'invention est un traitement chimique en voie liquide de la couche protectrice temporaire, ce traitement chimique en voie liquide peut être effectué selon différents modes de réalisation.

Selon un premier mode de réalisation préféré, le traitement chimique en voie liquide comprend une étape de mise en contact de la couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$  avec de l'eau non déionisée et non distillée (par exemple de l'eau du robinet) à une température de 30 à 50°C, de préférence de 30 à 40 °C.

Selon un second mode de réalisation préféré, le traitement chimique en voie liquide comprend une étape de mise en contact de la couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$  avec une solution aqueuse de soude.

Lors de la mise en contact, la température de la solution aqueuse est avantageusement de 14 et 40°C, et préférentiellement de 14 à 20°C.

De préférence, la concentration molaire en soude de la solution est de 0,01 à 0,1 mole/litre et de préférence de l'ordre de 0,02 mole/litre.

Selon un troisième mode de réalisation préféré, le traitement chimique en voie liquide comprend une étape de mise en contact de la couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$  avec une solution aqueuse d'hypochlorite de sodium.

De même que précédemment, la température de la solution aqueuse est avantageusement de 14 à 40°C, et préférentiellement de 14 à 20°C.

De préférence, la solution d'hypochlorite de sodium a un degré chlorométrique de 0,1 à 5, de préférence de l'ordre de 1.

5 En général, dans les trois modes de réalisation décrits précédemment, la mise en contact de la couche protectrice temporaire de  $MgF_2$  avec l'eau non distillée et non déionisée, ou avec la solution aqueuse de soude ou d'hypochlorite de sodium est effectuée pendant une durée au moins égale à 10 secondes, de préférence de l'ordre de 15 secondes.

10 En outre, de préférence, le traitement chimique en voie liquide comprend ultérieurement une étape de rinçage à l'eau, de préférence de l'eau déionisée ou distillée, et une étape de séchage, par exemple par soufflage d'air.

Comme énoncé précédemment, l'étape spécifique de traitement selon  
15 l'invention peut également consister en un dépôt d'au moins un oxyde métallique non fluoré et/ou d'au moins un hydroxyde métallique non fluoré sur la couche protectrice temporaire. Préférentiellement, on effectue un dépôt de  $MgO$ . La technique de dépôt sera décrite dans le cas de  $MgO$ . Néanmoins, les techniques et les épaisseurs mentionnées s'appliquent  
20 également aux autres oxydes métalliques et hydroxydes métalliques non fluorés de la couche protectrice temporaire. Le dépôt de  $MgO$  peut être mis en œuvre selon deux modes de réalisation préférés.

Selon un premier mode de réalisation préféré, le dépôt de  $MgO$  est effectué par transfert et comprend les étapes suivantes :

- 25
- évaporation sous vide de  $MgO$  sur un film électrostatique,
  - pose du film électrostatique sur la face du verre revêtue de la couche protectrice provisoire de  $MgF_2$ ,
  - retrait du film électrostatique,  $MgO$  restant sur  $MgF_2$ .

30 Le retrait du film électrostatique est généralement effectué juste avant le débordage. Ainsi, entre la pose du film et son retrait, le film, outre le fait qu'il permet le transfert de  $MgO$  sur la couche protectrice provisoire, permet aussi d'assurer la protection de la couche protectrice temporaire pendant le stockage ou le transport du verre.

Selon un second mode de réalisation préféré, le dépôt de MgO sur la couche protectrice temporaire se fait par évaporation sous vide, la couche de MgO formée ayant une épaisseur comprise entre 1 et 5 nm.

Le MgO évaporé peut provenir, par exemple, d'une évaporation à partir :

- de granulés de MgO, de granulométrie de 1 à 3 mm (réf. : M-1131 de CERAC) ;
- de granulés de MgO, de granulométrie de 3 à 6 mm (réf. : M-2013 de UMICORE) ;
- de pastilles de MgO (réf. : 0481263, commercialisées par la société UMICORE).

Lorsque l'on évapore du  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ , celui-ci peut être avantageusement obtenu chez ALDRICH.

D'une manière générale, le dépôt de MgO est effectué à la suite du dépôt de  $\text{MgF}_2$ . On réalise ainsi deux couches distinctes  $\text{MgF}_2/\text{MgO}$ . On peut, le cas échéant, poursuivre une partie de l'évaporation de  $\text{MgF}_2$  en débutant l'évaporation de MgO, de sorte qu'il existe alors un gradient dont la composition varie de  $\text{MgF}_2$  pur à MgO pur en surface.

Enfin, comme énoncé précédemment, l'étape spécifique de traitement peut également consister à ralentir le dépôt de couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$  sur la couche extérieure. Habituellement, ce type de dépôt est réalisé à une vitesse de l'ordre de 0,5 nm/s. Selon l'invention, le dépôt de la couche protectrice par évaporation sous vide est effectué à une vitesse inférieure à 0,5 nm/s, préférentiellement de l'ordre de 0,1 nm/s.

Comme indiqué précédemment, les verres traités par le procédé selon l'invention comprennent deux faces principales dont au moins une comporte une couche extérieure revêtue d'une couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$ .

Selon un mode de réalisation préféré, les deux faces principales comportent une couche extérieure revêtue d'une couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$ . En général, la première face sur laquelle sont déposés les différentes couches est la face concave. La couche de  $\text{MgF}_2$  permet alors de protéger cette face pendant le traitement de la seconde face.

Lorsque les deux faces principales comportent une couche extérieure revêtue d'une couche protectrice de  $\text{MgF}_2$ , l'étape de traitement spécifique



selon l'invention est de préférence effectuée sur chacune des faces principales.

Après les différentes opérations de traitement du verre, en particulier après le débordage du verre, la couche protectrice temporaire est éliminée.

5 L'étape d'élimination de la couche protectrice temporaire peut être effectuée soit en milieu liquide, soit par action mécanique, tel que frottement, essuyage à sec, soit encore par une mise en oeuvre successive de ces deux moyens.

10 A la fin de l'étape d'élimination de la couche protectrice temporaire, le verre présente des caractéristiques optiques et de surface du même ordre, voire quasiment identiques à celles du verre initial, comportant le revêtement hydrophobe et/ou oléophobe.

La présente invention concerne également une lentille ophtalmique comprenant une couche d'un revêtement hydrophobe et/ou oléophobe, une  
15 couche protectrice temporaire de  $MgF_2$  déposée sur ledit revêtement hydrophobe et/ou oléophobe, caractérisée en ce qu'une couche d'au moins un oxyde métallique non fluoré et/ou d'au moins un hydroxyde métallique non fluoré est déposée sur la couche protectrice de  $MgF_2$ .

20 Les oxydes et hydroxydes métalliques non fluorés sont choisis de préférence parmi ceux décrits précédemment, et en particulier l'hydroxyde métallique non fluoré est l'hydroxyde de magnésium.

Le revêtement hydrophobe et/ou oléophobe est tel que défini précédemment et la couche extérieure est de préférence déposée sur un revêtement anti-reflets, en particulier multi-couches.

25 L'invention concerne également une lentille ophtalmique telle que définie ci-dessus comprenant un film électrostatique recouvrant la couche d'oxyde et/ou d'hydroxyde métallique non fluoré et aisément séparable comme décrit précédemment.

30 De préférence, la couche recouverte par le film électrostatique est une couche de  $MgO$ .

La présente invention est illustrée par les exemples suivants, qui se réfèrent notamment à la figure 1, qui représente le temps de tenue d'un patin collé à un verre sous jet d'eau, en fonction du temps écoulé depuis le dépôt de la couche extérieure et de la couche protectrice.

5

### Exemples

On cherche à tester l'effet de l'étape spécifique de traitement selon l'invention sur l'opération de débordage des verres, en particulier sur le phénomène de déglantage.

Les dépôts sont effectués sur des substrats qui sont des verres ophtalmiques à base de CR39®, comportant, sur leurs deux faces, un revêtement anti-abrasion de type polysiloxane correspondant à l'exemple 3 de la demande de brevet EP614957. Les verres sont lavés dans une cuve de nettoyage avec ultra sons, étuvés pendant 3 heures minimum à une température de 100°C. Ils sont alors prêts à être traités.

Les verres traités sont des verres ronds.

## **1. Préparation des verres**

### **20 1.1 Préparation de verres comportant un revêtement antireflets et hydrophobe/oléophobe**

La machine de traitement sous vide utilisée est une machine Balzers BAK760 équipée d'un canon à électrons, d'un canon à ions de type « end-Hall » Mark2 Commonwealth et d'une source d'évaporation à effet Joule.

Les verres sont placés sur un carrousel pourvu d'ouvertures circulaires destinées à recevoir les verres à traiter, la face concave exposée vers les sources d'évaporation et le canon à ions.

30 On effectue un tirage au vide jusqu'à l'obtention d'un vide secondaire.

Ensuite, on procède à une évaporation successive, avec le canon à électrons, de 4 couches optiques anti-reflets haut indice(HI), bas indice(BI), HI, BI :  $ZrO_2$ ,  $SiO_2$ ,  $ZrO_2$ ,  $SiO_2$ .

35 Finalement, on dépose une couche de revêtement hydrophobe et oléophobe par évaporation d'un produit de marque OPTOOL DSX (composé

comprenant des motifs perfluoropropylène), commercialisé par la société DAIKIN.

Une quantité déterminée d'Optool DSX est placée dans une capsule en cuivre de diamètre 18 mm, elle-même disposée dans un creuset à effet  
5 joule (creuset tantale).

On dépose par évaporation une épaisseur de 1 à 5 nm de revêtement hydrophobe et oléophobe.

Le contrôle de l'épaisseur déposée est effectué par balance à quartz.

### 10 1.2 Dépôt de la couche protectrice temporaire

On procède ensuite à l'évaporation de la couche de protection.

Le matériau déposé est un composé de formule  $MgF_2$ , de granulométrie 1–2,5 nm, commercialisé par la Société Merck.

15 L'évaporation est effectuée au canon à électrons.

L'épaisseur physique déposée est de 20 nm, à une vitesse de dépôt de 0,52 nm/s .

Le contrôle de l'épaisseur déposée est effectuée par balance à quartz.

20 Ensuite, on procède au réchauffage de l'enceinte et remise à l'atmosphère de la chambre de traitement.

Les verres sont alors retournés et leur face convexe orientée vers la zone de traitement. La face convexe est traitée de manière identique à la face concave (en reproduisant les étapes 1.1 et 1.2 ci dessus).

25

### 1.3 Etape spécifique de traitement

Les verres subissent alors une étape spécifique de traitement selon  
30 l'invention choisie parmi les étapes suivantes :

- eau chaude non déionisée et non distillée
- solution aqueuse d'hypochlorite de sodium
- solution aqueuse de soude
- transfert de  $MgO$  à partir d'un film électrostatique
- 35 - évaporation de  $MgO$  directement sur la couche temporaire de  $MgF_2$ .

a) eau chaude (non déionisée et non distillée)

Les verres sont mis sous l'eau chaude du robinet, de température égale à 40°C, pendant 15 secondes.

5 Puis ils sont rincés à l'eau distillée, et soufflés à l'air comprimé.

b) Solution aqueuse d'hypochlorite de sodium

Les verres sont plongés pendant 15 secondes dans un récipient en Pyrex® contenant 1 litre d'eau distillée de température égale à 40°C et 20 mL d'extrait de Javel à 48 degrés chlorométriques.

10

Puis les verres sont rincés à l'eau distillée et soufflés à l'air comprimé.

c) solution aqueuse de soude

Les verres sont plongés pendant 15 secondes dans un Pyrex contenant 1 litre d'eau distillée de température égale à 40°C et 40 mL de soude à 0,5 mol.L<sup>-1</sup>.

15

Puis les verres sont rincés à l'eau distillée et soufflés à l'air comprimé.

d) transfert de MgO à partir d'un film électrostatique

20 On évapore sous vide, au moyen d'un canon à électrons, une couche de MgO à partir de pastilles de MgO (référence 0481263) de la société UMICORE sur des films électrostatiques de copolymère à base de PVC (poly(chlorure de vinyle)), d'épaisseur 100/μm, fournis par la société SERICOM PLASTOREX. Ces films sont sous forme de disques de diamètre

25

compris entre 38 et 50 mm. Les films électrostatiques recouverts de MgO sont déposés sur la face convexe des verres.

Au moment du débordage, les films sont retirés. Une couche de MgO reste sur la couche protectrice de MgF<sub>2</sub>.

30

e) évaporation de MgO directement sur la couche temporaire de MgF<sub>2</sub>

On évapore sous vide, au moyen d'un canon à électrons, une couche de MgO (à partir de pastilles de MgO (référence 0481263) de la société UMICORE), d'épaisseur égale à 2 nm, directement sur la couche de protection de MgF<sub>2</sub>.

35

## 2. Tests de déglantage

### 2.1 Principe

5

On réalise un test de déglantage sous jet d'eau des verres préparés. Ce test est plus simple et plus rapide à exécuter que le débordage des verres. Il est également plus « dur » que le débordage réel des verres. Néanmoins, il permet de classer les résultats de façon très discriminante.

10

On utilise comme patin de maintien une pastille autocollante double face, de marque 3M.

Le patin est collé manuellement sur le gland.

L'ensemble gland + patin est collé manuellement sur la face convexe de chaque verre.

15

Le verre est mis sous l'eau du robinet (eau de ville), dont la température n'est pas contrôlée, pendant au plus 5 minutes. Le débit est de 6 litres/minute. La distance entre le verre et le bec du robinet est de 20 cm environ.

20

Alternativement, on effectue une rotation manuelle du verre, et une inclinaison afin que l'eau entre par la tranche et également le trou central du gland.

Si l'ensemble gland + patin tombe avant 5 minutes (ce qui correspond au phénomène de déglantage), on note le temps pendant lequel l'ensemble est resté collé sur le verre.

25

Si après 5 minutes l'ensemble gland + patin n'est pas tombé, on note le pourcentage de surface de patin restée encore collée. Cela est bien visible en transmission en regardant le verre du côté concave sous éclairage néon.

### 2.2 Tests et résultats

30

#### a) Test 1

On mesure le temps de tenue de l'ensemble gland + patin sous le jet d'eau, en fonction du temps écoulé depuis la fin du traitement du verre, c'est-à-dire depuis le dépôt des différentes couches et l'étape spécifique de traitement.

35

Les résultats sont représentés sur la figure 1.

Les mesures sont faites pour un verre n'ayant pas subi l'étape spécifique de traitement (courbe 1), et pour un verre ayant subi l'étape spécifique de traitement par la solution aqueuse d'hypochlorite de sodium (courbe 2).

En abscisse est représenté le temps écoulé depuis la fin du traitement du verre. En ordonnée est représenté le temps de tenue du patin sous le jet d'eau, en secondes.

On voit qu'après une heure, le verre ayant subi l'étape spécifique de traitement atteint un temps de tenue du patin de 300 secondes, alors qu'il faut deux semaines au verre n'ayant pas subi l'étape spécifique de traitement pour atteindre le même temps de tenue.

#### b) Test 2

On réalise les mesures de temps de tenue pour des verres n'ayant pas subi une étape spécifique de traitement selon l'invention, et pour des verres ayant subi une étape spécifique de traitement selon l'invention. Les mesures sont réalisées à différents temps T après la fin du traitement du verre.

Les résultats sont rassemblés dans le tableau 1.

Tableau 1

Etape spécifique de traitement	DEGLANTAGE SOUS JET D'EAU		
	T = 1 heure	1 h < T < 2 semaines.	T > 2 semaines
Aucune	déglantage après 10 s à 1 min sous le jet d'eau	Déglantage après 10 s à 5 min sous le jet d'eau	pas de déglantage après 5 min sous le jet d'eau
eau chaude du robinet, ou solution aqueuse de soude, ou solution aqueuse d'hypochlorite de sodium	Non	Non	Non
Transfert de MgO	Non	Non	Non
Evaporation de MgO	Non	Non	Non

Les résultats du tableau 1 montrent que l'étape spécifique de traitement selon l'invention supprime complètement le phénomène de déglantage.

5

c) Test 3

Dans ce test, l'étape spécifique de traitement par la solution aqueuse d'hypochlorite de sodium telle que décrite précédemment a été réalisée sur la moitié seulement de la surface des verres.

10 Ainsi, les verres ont été immergés par moitié dans un Pyrex contenant la solution aqueuse d'hypochlorite de sodium.

Après 15 secondes environ sous le jet d'eau, les patins collés sur la moitié de la surface des verres n'ayant pas subi l'étape spécifique de traitement sont complètement décollés.

15 Après 5 minutes sous le jet d'eau, les patins collés sur la moitié de la surface des verres ayant subi l'étape de traitement spécifique sont restés collés à 100%.

Le même résultat est obtenu dans le cas où l'étape spécifique de traitement se fait avec la solution aqueuse de soude.

20

### REVENDEICATIONS

1. Procédé de traitement d'un verre ophtalmique comportant deux  
5 faces principales dont au moins une face comporte une couche extérieure  
organique ou minérale revêtue d'une couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$ ,  
caractérisé en ce que le procédé comprend une étape spécifique de  
traitement choisie parmi les étapes suivantes :
- traitement chimique en voie liquide de la couche protectrice  
10 temporaire, conduisant à la formation d'une couche de  $\text{MgO}$  et/ou  
 $\text{Mg}(\text{OH})_2$  dans et/ou sur la couche protectrice temporaire ;
  - dépôt d'au moins un oxyde métallique non fluoré et/ou d'au moins un  
hydroxyde métallique non fluoré sur la couche protectrice temporaire  
15 par transfert de celui-ci ou de ceux-ci à partir d'un film électrostatique  
ou par évaporation sous vide de celui-ci ou de ceux-ci directement sur  
la couche protectrice temporaire ;
  - le dépôt de la couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$  sur la couche  
extérieure se fait par évaporation sous vide à une vitesse inférieure à  
0,5 nm/s, préférentiellement inférieure ou égale à 0,3 nm/s.
- 20 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la couche  
extérieure est un revêtement de surface hydrophobe et/ou oléophobe.
3. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes,  
caractérisée en ce que la couche extérieure a une épaisseur inférieure à  
30 nm, de préférence comprise entre 1 et 20 nm, mieux comprise entre 1 et  
25 10 nm.
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes,  
caractérisée en ce que la couche extérieure est déposée sur un revêtement  
anti-reflets.
5. Procédé selon la revendication 4, caractérisée en ce que le  
30 revêtement anti-reflet est multi-couches.
6. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes,  
caractérisé en ce que la couche protectrice temporaire a une épaisseur  
comprise entre 5 et 50 nm.
7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6,  
35 caractérisé en ce que le traitement chimique en voie liquide comprend une



étape de mise en contact de la couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$  avec de l'eau non déionisée et non distillée à une la température de 30 à 50°C, de préférence de 30 à 40 °C.

5 8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que le traitement chimique en voie liquide comprend une étape de mise en contact de la couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$  avec une solution aqueuse de soude.

9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que le traitement chimique en voie liquide comprend une  
10 étape de mise en contact de la couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$  avec une solution aqueuse d'hypochlorite de sodium.

10. Procédé selon la revendication 8 ou 9, caractérisé en ce que la température de la solution aqueuse est de 14 à 40°C.

11. Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce que la  
15 température de la solution aqueuse est de 14°C à 20°C.

12. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que la concentration molaire en soude de la solution aqueuse est de 0,01 à 0,1 mole/litre.

13. Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce que le degré  
20 chlorométrique de la solution aqueuse d'hypochlorite de sodium est de 0,1 à 5.

14. Procédé selon l'une quelconque des revendications 7 à 13, caractérisé en ce que la mise en contact de la couche temporaire de  $\text{MgF}_2$  avec de l'eau non déionisée et non distillée, ou avec une solution aqueuse  
25 de soude ou d'hypochlorite de sodium est effectuée pendant une durée au moins égale à 10 secondes, de préférence de l'ordre de 15 secondes.

15. Procédé selon l'une quelconque des revendications 7 à 14, caractérisé en ce que le traitement chimique en voie liquide comprend ultérieurement une étape de rinçage à l'eau, de préférence de l'eau distillée  
30 ou déionisée, et une étape de séchage.

16. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que l'oxyde métallique est choisi parmi l'oxyde de magnésium, l'oxyde de calcium, l'oxyde de praséodyme, l'oxyde de cérium ou un mélange de deux ou plus de ces oxydes.

17. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que l'hydroxyde métallique est l'hydroxyde de magnésium.

18. Procédé selon la revendication 16, caractérisé en ce que le dépôt de MgO par transfert comprend les étapes suivantes :

- 5 - évaporation sous vide de MgO sur un film électrostatique,
- pose du film électrostatique sur la face du verre revêtue de la couche protectrice provisoire de  $MgF_2$ ,
- retrait du film électrostatique, MgO restant sur  $MgF_2$ .

10 19. Procédé selon la revendication 16, caractérisé en ce que le dépôt de MgO se fait par évaporation sous vide de MgO, la couche de MgO formée ayant une épaisseur comprise entre 1 et 5 nm.

20. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que les deux faces principales comportent une couche extérieure revêtue d'une couche protectrice temporaire de  $MgF_2$ .

15 21. Lentille ophtalmique comprenant une couche d'un revêtement hydrophobe et/ou oléophobe, une couche protectrice temporaire de  $MgF_2$  déposée sur ledit revêtement hydrophobe et/ou oléophobe, caractérisée en ce qu'une couche d'au moins un oxyde métallique non fluoré et/ou d'au moins un hydroxyde métallique non fluoré est déposée sur la couche  
20 protectrice de  $MgF_2$ .

22. Lentille ophtalmique selon la revendication 21, caractérisée en ce que l'oxyde métallique est choisi parmi l'oxyde de calcium, l'oxyde de praséodyme, l'oxyde de cérium ou un mélange de deux ou plus de ces oxydes.

25 23. Lentille ophtalmique selon la revendication 21 ou 22 caractérisée en ce que l'hydroxyde métallique non fluoré est l'hydroxyde de magnésium.

24. Lentille ophtalmique selon l'une quelconque des revendications 21 à 23, caractérisée en ce que la couche de revêtement hydrophobe et/ou oléophobe a une épaisseur inférieure à 30 nm, de préférence comprise entre  
30 1 et 20 nm, et mieux comprise entre 1 et 10 nm.

25. Lentille ophtalmique selon l'une quelconque des revendications 21 à 24, caractérisée en ce que la couche extérieure est déposée sur un revêtement anti-reflets, préférentiellement multi-couches.

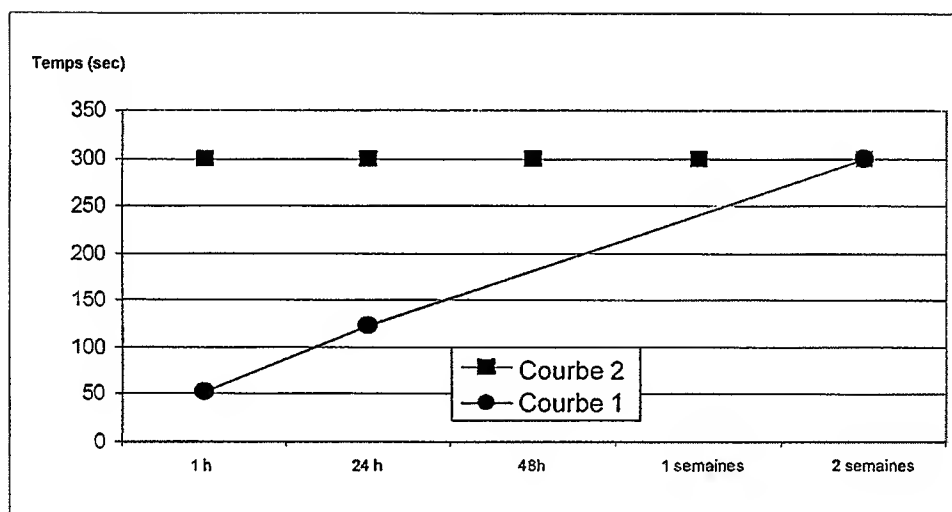
26. Lentille ophtalmique selon l'une quelconque des revendications 21  
35 à 25, caractérisée en ce qu'elle comprend un film électrostatique sur la

couche d'oxyde métallique non fluoré et/ou d'hydroxyde métallique non fluoré.

27. Lentille ophtalmique selon l'une quelconque des revendications 21 à 26, caractérisée en ce que l'oxyde métallique est  $\text{MgO}$ .

1/1

Figure 1





# **RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE PARTIEL**

établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

voir FEUILLE(S) SUPPLÉMENTAIRE(S)

N° d'enregistrement  
national

FA 636785  
FR 0350216

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendications concernées	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
A	WO 02 092524 A (ESSILOR INT) 21 novembre 2002 (2002-11-21) * abrégé * * revendication 11 * -----	1-27	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (Int.CL.7) C03C
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
26 février 2004		Picard, S	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 0350216 FA 636785**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du 26-02-2004

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 02092524      A	21-11-2002	FR      2824821 A1	22-11-2002
		BR      0205388 A	10-06-2003
		CN      1463258 T	24-12-2003
		WO      02092524 A1	21-11-2002
		US      2003049370 A1	13-03-2003
-----			

**RECHERCHE INCOMPLÈTE  
FEUILLE SUPPLÉMENTAIRE C**

Numéro de la demande

FA 636785  
FR 0350216

Certaines revendications n'ont pas fait l'objet d'une recherche ou ont fait l'objet d'une recherche incomplète, à savoir:

Revendications ayant fait  
l'objet de recherches complètes:  
7-19

Revendications ayant fait  
l'objet de recherches incomplètes:  
1-6, 20-27

Raison:

La revendication 1 présente a trait à trois méthodes. Un fondement au sens de l'Article L.612-6 CPI et un exposé au sens de l'Article L.612-5 CPI ne peut cependant être trouvé que pour certaines de ces méthodes revendiquées. Dans le cas présent, les revendications manquent à un tel point de fondement et l'exposé de l'invention dans la description est si limité qu'une recherche significative couvrant tout le spectre revendiqué est impossible.

De plus, une des méthodes de la revendication 1 est partiellement définie en faisant référence à une caractéristique souhaitable, à savoir la formation de  $MgO$  et/ou  $Mg(OH)_2$  dans et/ou sur la couche protectrice temporaire de  $MgF_2$ .

La revendication couvre tous les traitements chimiques en voie liquide conduisant à cette caractéristique, alors que la demande ne fournit un fondement et un exposé que pour un nombre très limité de telles méthodes. Indépendamment des raisons évoquées ci-dessus, cette revendication manque aussi de clarté. En effet, on a cherché à définir la méthode au moyen du résultat à atteindre. Ce manque de clarté est, dans le cas présent, de nouveau tel qu'une recherche significative sur tout le spectre couvert par les revendications est impossible.

Par conséquent, la recherche a été limitée aux parties des revendications qui présentent un fondement et un exposé, c'est à dire les parties ayant trait à :

- un traitement chimique en voie liquide comprenant une étape de mise en contact de la couche temporaire protectrice de  $MgF_2$  avec de l'eau non désionisée et non distillée, ou avec une solution aqueuse de soude ou avec une solution aqueuse d'hypochlorite de sodium.
- un dépôt d'au moins un oxyde métallique non fluoré et/ou d'au moins un hydroxyde métallique non fluoré sur la couche de  $MgF_2$  par transfert de celui-ci ou de ceux-ci à partir d'un film électrostatique ou par évaporation sous vide de celui-ci ou de ceux-ci directement sur la couche temporaire.

Le même raisonnement s'applique mutatis mutandis aux revendications 2-6, 20-27.

# DELPHION

DELPHION

My Account

RESEARCH

PRODUCTS

INSIDE DELPHION

Search: Quick/Number Boolean Advanced Derwent Help

No active trail

SELECTOR

STOP TRACKING

## The Delphion Integrated View: INPADOC Record

Buy Now: ☒ PDF | [File History](#) | [Other choices](#) Tools: [Add to Work File:](#)  [Create new Work File](#) [Add](#)

View: [Jump to:](#)  [Top](#) [Go to:](#) [Derwent](#) ☒ [Email this to a friend](#)

**Title:** FR2856056A1: Treatment of ophthalmic glass for subsequent trimming operations comprises use of temporary protective coating of magnesium fluoride which is then chemically treated[[French](#)]

**Derwent Title:** Treatment of ophthalmic glass for subsequent trimming operations comprises use of temporary protective coating of magnesium fluoride which is then chemically treated [[Derwent Record](#)]

**Country:** FR France  
**Kind:** A1 Application, First Publication 1  
**Inventor:** LACAN PASCALE;  
CONTE DOMINIQUE;

**Assignee:** ESSILOR INTERNATIONAL - COMPAGNIE GENERALE D'OPTIQUE France  
[News, Profiles, Stocks and More about this company](#)

**Published / Filed:** 2004-12-17 / 2003-06-13

**Application Number:** FR2003000050216

**IPC Code:** Advanced: [C03C 17/34](#); [C03C 17/42](#);  
Core: more...

[IPC-7: C03C 17/22](#); [C03C 17/23](#); [C03C 17/36](#); [G02B 1/10](#); [G02B 1/11](#);

**ECLA Code:** [C03C17/34D4F2](#); [C03C17/42](#);

**Priority Number:** 2003-06-13 [FR2003000050216](#)

**Abstract:**

Procédé de traitement d'un verre ophthalmique comportant deux faces principales dont au moins un face comporte une couche extérieure organique ou minérale revêtue d'une couche protectrice temporaire de MgF2, ledit procédé comprenant une étape spécifique de traitement choisie parmi les étapes suivantes : - traitement chimique en voie liquide de la couche protectrice temporaire, conduisant à la formation d'une couche de MgO sur la couche protectrice temporaire ; - dépôt d'au moins un oxyde





métallique et/ou d'au moins un hydroxyde métallique non fluoré sur la couche protectrice temporaire par transfert de celui-ci ou de ceux-ci à partir d'un film électrostatique ou par évaporation sous vide de celui-ci ou de ceux-ci directement sur la couche protectrice temporaire ; - le dépôt de la couche protectrice temporaire de MgF2 sur la couche extérieure se fait par évaporation sous vide à une vitesse inférieure ou égale à 0,5 nm/s.

INPADOC  
Legal Status:

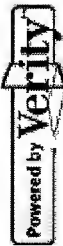
None Buy Now: [Family Legal Status Report](#)

Family:

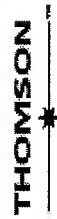
Buy PDF	Publication	Pub. Date	Filed	Title
<input checked="" type="checkbox"/>	WO04110946A1	2004-12-23	2003-07-02	METHOD FOR TREATING A LENS APT TO TRIMMING
<input checked="" type="checkbox"/>	US20060246278A1	2006-11-02	2005-02-10	Method for treating a lens apt to trimming
<input checked="" type="checkbox"/>	PL0374526A1	2005-10-31	2003-07-02	METHOD FOR TREATING A LENS APT TO TRIMMING
<input checked="" type="checkbox"/>	KR6040568A	2006-05-10	2005-02-28	METHOD FOR TREATING A LENS APT TO TRIMMING
<input checked="" type="checkbox"/>	JP2006527385T2	2006-11-30	2003-07-02	
<input checked="" type="checkbox"/>	FR2856056A1	2004-12-17	2003-06-13	PROCEDE DE TRAITEMENT D'UN VERRE APTE AU DEBORDAGE.
<input checked="" type="checkbox"/>	EP1633684A1	2006-03-15	2003-07-02	METHOD FOR TREATING A LENS APT TO TRIMMING
<input checked="" type="checkbox"/>	CN1681746A	2005-10-12	2003-07-02	Treatment method of ophthalmic glass repaired easily
<input checked="" type="checkbox"/>	CA2495274AA	2004-12-23	2003-07-02	METHOD FOR TREATING A LENS APT TO TRIMMING
<input checked="" type="checkbox"/>	BR0313401A	2005-07-12	2003-07-02	Método para tratar uma lente oftálmica e respectiva lente oftálmica
<input checked="" type="checkbox"/>	AU3246355AA	2005-01-04	2003-07-02	METHOD FOR TREATING A LENS APT TO TRIMMING
11 family members shown above				

Other Abstract  
Info:

CHEMABS 142(04)061045R



Nominate this for the Gallery...



Subscriptions | [Web Seminars](#) | [Privacy](#) | [Terms & Conditions](#) | [Site Map](#) | [Contact Us](#) | [Help](#)  
Copyright © 1997-2008 The Thomson Corporation